

P.15.109 PC



①9 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑩ **DE 195 03 311 A 1**

⑤1 Int. Cl.⁶:
G 01 N 15/08
B 01 D 37/04

②1 Aktenzeichen: 195 03 311.6
②2 Anmeldetag: 2. 2. 95
④3 Offenlegungstag: 8. 8. 96

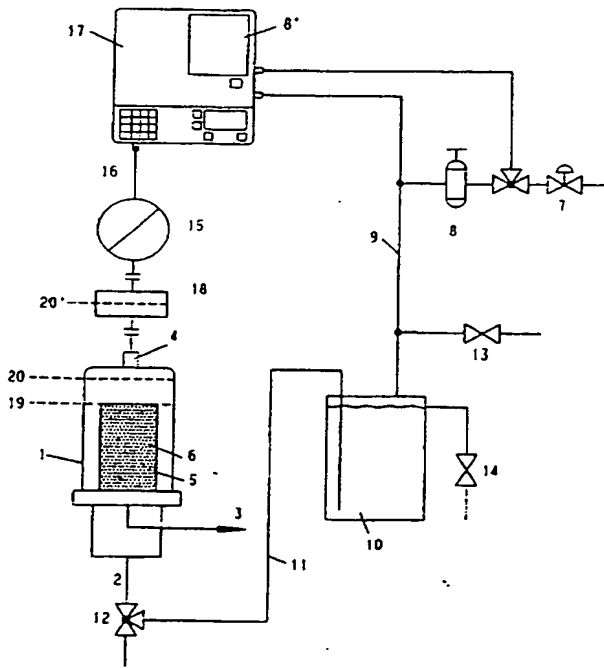
DE 195 03 311 A 1

⑦1 Anmelder:
Sartorius AG, 37075 Göttingen, DE

⑥1 Zusatz zu: P 43 39 589.9
⑦2 Erfinder:
Gehne, Ingo, 37191 Katlenburg-Lindau, DE

⑤4 **Vorrichtung zum Prüfen von Filterelementen durch einen Wasserintrusionstest**

⑤7 **Vorrichtung zum Prüfen von Filterelementen durch einen Wasserintrusionstest.**
Die Erfindung betrifft eine vorteilhafte Ausgestaltung einer Vorrichtung zum Prüfen der Integrität von gehäuseartig umschlossenen Filterelementen aus hydrophoben porösen Filtern durch einen Wasserintrusionstest und stellt ein Zusatzpatent zum Hauptpatent DE 4339589 C1 dar.
Die Vorrichtung verwendet einen externen elektrischen Drucksensor, der an der gehäuseartigen Umschließung der Filterelemente angebracht ist und über eine elektrische Leitung mit einem Filtertestgerät meßtechnisch verbunden wird. Dadurch ist es möglich, das Filtertestgerät in nahezu beliebiger Entfernung, vorzugsweise in separaten Räumen oder Schaltschränken unterzubringen.



DE 195 03 311 A 1

Beschreibung

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zum Prüfen der Integrität von gehäuseartig umschlossenen Filterelementen aus hydrophoben porösen Filtern durch einen Wasserintrusionstest und stellt ein Zusatzpatent zum Hauptpatent DE 43 39 589 C1 dar.

Der Wasserintrusionstest dient der zerstörungsfreien in-line- oder off-line-Prüfung auf Integrität von Filterelementen, wie Kerzen, Capsulen oder Kassetten mit hydrophoben Filtern, wie Membranen oder Vliesen im Bereich der Ultrafiltration und Mikrofiltration. Solche Filterelemente werden z. B. in Sterilfiltersystemen, sowie zur Filtration hydrophober Fluide oder zur Öl-/Wasser-Trennung eingesetzt. Sterilfiltersysteme dienen der Be- und Entlüftung von Fermentern, Sterilisatoren, Lyophilisatoren oder Steriltanks.

Zur Durchführung des Wasserintrusionstests legt man den Testdruck für das Filter in den Intrusionsbereich und läßt ihn eine vorgegebene Zeit auf das Filter einwirken. Über die Druckabnahme kann die pro Zeiteinheit in die Porenstruktur des Filters intrudierte Wassermenge gemessen werden. Aus dieser Flußrate lassen sich Rückschlüsse ziehen über die Unversehrtheit des Filters. Während bei intaktem Filter dieser Volumenstrom sehr klein ist, wird er bei beschädigtem Filter entsprechend größer sein. Vom Filterproduzenten werden die Grenzwerte für intakte Filter angegeben.

In der DE 39 17 856 A1 werden eine Prüfeinrichtung und ein Verfahren zur Durchführung eines In-line-Wasserintrusionstests beschrieben.

Diese Prüfeinrichtung besteht aus einem Filtersystem (Filtergehäuse) mit den zu testenden Filterelementen, einem pneumatisch und vollautomatisch arbeitenden Filtertestgerät und erforderlichen Leitungen und Absperrorganen.

Das Verfahren ist dadurch gekennzeichnet, daß das die hydrophoben Filterelemente aufnehmende Filtersystem (Filtergehäuse) einseitig vollständig mit Wasser gefüllt und anschließend mit Preßluft ein Testdruck von ca. 70% bis 80% des für die Filterelemente typischen Wasserpenetrationsdruckwertes angelegt wird. Nach einer Stabilisierungsphase wird bei geschlossenen Ventilen über einen oberen Anschluß am Filtergehäuse der Druckabfall im Filtersystem bestimmt.

Nachteilig ist bei diesem Verfahren, daß man zur Ermittlung des absoluten Volumens an intrudiertem Wasser ($v_2 - v_1$) in das Filter, beispielsweise für eine Validierung der Filterelemente, das jeweilige Volumen (v_x) zum jeweilig dazugehörigen Prüfdruck (p_x) kennen muß.

Nach dem allgemeinen Gasgesetz (a)

$$p_1 \cdot v_1 = p_2 \cdot v_2 \quad (a)$$

ergibt sich für v_2

$$v_2 = p_1 \cdot v_1 / p_2 \quad (b).$$

p_1 ist der Anfangsprüfdruck nach einer Stabilisierungsphase,

v_1 ist das Volumen des unter Anfangsprüfdruck stehenden Gases zwischen dem Niveau der Wasseroberfläche und dem Druckmeßgerät,

p_2 ist der jeweilige Gasdruck zum Zeitpunkt der Messung des Druckabfalls und

v_2 das dazugehörige Volumen zum Zeitpunkt der Messung des Druckabfalls.

Aus der Differenz $v_2 - v_1$ ergibt sich das Volumen an Wasser, das zum Zeitpunkt der Messung in die Poren des Filters intrudiert ist.

Für derartige Bestimmungen stehen automatisch arbeitende Filtertestgeräte zur Verfügung. Sie sind in der Lage, das zum jeweiligen Prüfdruck gehörige Volumen zu berechnen, jedoch mit einem relativ großen Meßfehler. Für Zwecke der Validierung von Filterelementen ist der Meßfehler häufig nicht akzeptabel.

Der Meßfehler wird vor allem durch folgende Vorgänge und Verfahrensweise verursacht. Während der Stabilisierungsphase wird das unter Druck stehende Filterelement kompaktiert. Zur Berechnung der zum jeweiligen Prüfdruck gehörenden Volumina wird von den Testgeräten ein Mal das Volumen v_1 des Filterprüfsystems (Volumen des unter Anfangsprüfdruck stehenden Gases zwischen dem Niveau der Wasseroberfläche und Druckmeßgerät) automatisch bestimmt. Dazu strömt das unter Druck stehende Testgas in einen unter Atmosphärendruck stehenden Referenzbehälter des Testgerätes, wobei der Druck auf etwa ein Drittel abnehmen kann. Aus dieser Druckabnahme wird das Volumen V_1 berechnet. Mit abnehmendem Druck dekomprimiert aber das Filterelement wieder. Dieser Vorgang ist z. B. bei Filterkerzen mit Volumenschwankungen von bis zu 10% des Volumens des unter Druck stehenden Prüfgases verbunden. Demnach wird mit nach dieser Vorgehensweise arbeitenden automatischen Testgeräten nicht das tatsächlich beim jeweiligen Prüfdruck herrschende Volumen, sondern nur ein durch den Kompaktierungs/Dekomprimierungs-Vorgang verfälschtes Volumen bestimmt. Erfahrungsgemäß liegt der Meßfehler dieses Bezugsvolumens v_1 durch automatische Testgeräte etwa bei 10%.

Das Hauptpatent DE 43 39 589 C1 beschreibt ein Verfahren und eine Einrichtung zum Prüfen von Filterelementen durch einen Wasserintrusionstest, bei dem die Nachteile aus den Kompaktierungs-/Dekomprimierungsvorgängen der Filterelemente, die bei der Bestimmung des Bezugsvolumens auftreten, überwunden werden in dem bei der Berechnung des zum jeweiligen Prüfdruck gehörenden Volumens von einem Gesamtnettovolumen v_g der Prüfeinrichtung ausgegangen wird, das für die Prüfeinrichtung als einrichtungskonstanter Wert nur ein Mal zu ermitteln ist.

Das Gesamtnettovolumen v_g ist jenes Volumen innerhalb der Prüfeinrichtung, das für die Komprimierung des Prüfgases zur Verfügung steht. Es ist beispielsweise das Volumen, das sich innerhalb einer gehäuseartigen Umschließung zwischen oberstem Endbereich der hydrophoben Filter von Filterelementen und einem Gasdruckmeßgerät befindet. Dieser Wert hängt von der Konfiguration des Filtersystems (der gehäuseartigen Umschließung der Filterelemente, der Filterelemente selbst und dem Druckleitungssystem) ab und ändert sich nur bei Veränderung dieser Bestandteile. Vorteilhaft ist, daß durch die Verlegung des Gesamtnettovolumens ins Innere der gehäuseartigen Umschließung sichergestellt ist, daß keine Meßfehler aufgrund von Temperaturschwankungen der Umgebung entstehen. Das ist besonders vorteilhaft bei Filtrationssystemen, die bei von der Umgebungstemperatur abweichenden Temperaturen arbeiten, wie z. B. Lyophilisatoren. Zusätzlich können die gehäuseartigen Umschließungen der Filterelemente temperiert werden. Das Gesamtnettovolumen v_g kann aber auch das Volumen eines Referenzdruckgefäßes sein, daß außerhalb der gehäuseartigen Umschließung der Filterelemente vorgesehen ist. Für das Referenz-

druckgefäß kann eine Temperierung vorgesehen werden. Ein weiterer Vorteil der Verlegung des Gesamtnettovolumen-Raumes in ein Referenzdruckgefäß besteht darin, daß damit auch Filterelemente mit hinreichender Genauigkeit geprüft werden können, die sich in einer gehäuseartigen Umschließung großer Bauform befinden, wie sie bei Mehrfachfilterkerzengehäusen üblich sind. Die Möglichkeiten zur Bestimmung des Gesamtnettovolumens sind dem Fachmann geläufig und bedürfen keiner Erläuterung.

Zur Durchführung des Verfahrens wird durch ein unter Prüfdruck stehendes Prüfgas aus einem Druckbehälter solange Wasser in die gehäuseartige Umschließung der Filterelemente gedrückt, bis das untere Niveau des Gesamtnettovolumens v_g erreicht ist. Vorzugsweise sollte zu diesem Zeitpunkt der dazugehörige Druck p_g innerhalb des zum Gesamtnettovolumen zu rechnenden Raumes der Prüfeinrichtung gleich dem Atmosphärendruck sein. Das wird über die abströmseitige Verbindung der Filterelemente mit der Atmosphäre oder entsprechende Ventilstellungen am Gesamtnettovolumen-Raum realisiert.

Das Wasser steigt nunmehr bei unterbrochenen Verbindungen zur Atmosphäre über das untere Niveau des Gesamtnettovolumen-Raumes hinaus bis auf ein Niveau, das vom anliegenden Gasprüfdruck bestimmt wird. Das nach einer zur Kompaktierung der Filterelemente ausreichenden Stabilisierungsphase vorliegende Volumen v_1 errechnet sich nach der Formel (b), wobei p_1 der anliegende Anfangsprüfdruck ist.

$$v_1 = v_g \cdot p_g / p_1 \quad (p_g \text{ vorzugsweise Atmosphärendruck}).$$

Nun wird der jeweilige Gasdruck (z. B. p_2) zum Zeitpunkt der Messung t_2 ermittelt und nach der Formel (b) das dazugehörige Volumen v_2 berechnet.

Der zu diesem Zeitpunkt der Messung auftretende Druckabfall ist so gering, daß die damit verbundene Volumenänderung durch Kompaktierung/Dekompaktierung der Filterelemente vernachlässigt werden kann.

Die Druckmessungen können manuell mit entsprechenden Druckmeßgeräten oder automatisch mit kostengünstigen Filtertestgeräten, die über keine Einrichtung zur Bestimmung des Testvolumens verfügen, durchgeführt werden. Die Filtertestgeräte drücken je nach Programmierung in der Regel bewertete Prüfprotokolle aus. Solche Geräte sind im Handel erhältlich.

Nachteilig ist, daß das Filtertestgerät als Druckmeßgerät durch Druckgasleitungen mit den zu prüfenden gehäuseartig umschlossenen Filterelementen verbunden ist und damit in möglichst unmittelbarer Nähe der Filterelemente installiert werden muß. Andernfalls wurde durch lange Druckgasleitungen ein hohes Totvolumen als Fehlerquelle zum Beispiel durch Temperatureinflüsse für die Druckmessungen entstehen.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, diese Nachteile zu überwinden und eine weitere Ausbildung der Prüfeinrichtung des Hauptpatents vorzuschlagen.

Die Aufgabe wird dadurch gelöst, daß ein externer elektrischer Drucksensor an den Anschluß der gehäuseartigen Umschließung der Filterelemente angebracht und über eine elektrische Leitung mit einer Auswertereinheit, beispielsweise einem Filtertestgerät meßtechnisch verbunden wird. Die Druckgasquelle kann über ein Druckregelsystem unmittelbar über einen mit Wasser gefüllten Druckbehälter mit dem Einlaß der gehäuseartigen Umschließung verbunden werden. Dadurch ist es möglich, das Filtertestgerät in nahezu beliebiger

Entfernung, vorzugsweise in separaten Räumen oder Schaltschränken unterzubringen.

Ein Ausführungsbeispiel der Erfindung wird anhand der Figur näher beschrieben.

Wie die Figur zeigt, enthält eine gehäuseartige Umschließung 1 mit einem Einlaß 2 für Fluide, einem Auslaß 3 für Filtrat und einem Anschluß 4 für zum Beispiel externe Geräte mindestens ein Filterelement 5, daß den Einlaß 2 durch hydrophobe Filter 6 vom Auslaß 3 trennt. Eine Druckgasquelle 7 ist über ein Druckregelsystem 8 oder 8', eine Druckgasleitung 9, ein Druckbehälter 10 zur Wasseraufnahme, einer Druckgasleitung 11, ein Dreiwegeventil 12 mit dem Einlaß 2 der gehäuseartigen Umschließung 1 verbunden. Dabei steht 8 für einen manuell einstellbaren Präzisionsdruckregler und 8' für ein automatisches Filtertestgerät. Weitere Ventile dienen der Wasserzufuhr 13 und der Entlüftung 14. Am Anschluß 4 ist ein externer elektrischer Drucksensor 15 angeschlossen, der über eine elektrische Leitung 16 mit einer Auswertereinheit 17, vorzugsweise einem Filtertestgerät, meßtechnisch verbunden ist. In einer weiteren Ausführungsform kann ein sich zwischen Drucksensor 15 und dem Anschluß 4 ein Referenzbehälter 18 mit bekanntem Gesamtnettovolumen befinden. Zur Durchführung der Prüfung der Filterelemente 5 wird mittels eines Gasdruckes von der Druckgasquelle 7 über das Druckregelsystem 8 oder 8', die Druckgasleitung 9, Wasser in RO-Qualität aus dem Druckbehälter 10 über den Einlaß 2 in die gehäuseartige Umschließung 1 gedrückt. Dabei sind die Ventile 13 und 14 geschlossen. Durch das hydrophobe Filter 6 entweicht solange Gas aus der gehäuseartigen Umschließung 1 über den Auslaß 3, bis das Wasser die letzte Pore im oberen Endbereich 19 des Filters erreicht hat. Der Endbereich 19 stellt gleichzeitig das untere Niveau des Gesamtnettovolumen-Raumes dar.

Der in diesem Zustand herrschende Druck p_g ist gleich dem am Auslaß 3 anliegenden Druck, in der Regel vorzugsweise dem äußeren Atmosphärendruck, und das eingeschlossene Volumen entspricht dem ausgemessenen Gesamtnettovolumen v_g der Prüfeinrichtung.

Ohne daß weiterhin Gas durch die nunmehr mit Wasser bedeckten Poren nach außen dringen kann, wird solange Wasser in die gehäuseartige Umschließung gedrückt, bis nach einer Stabilisierungsphase von in der Regel bis zu 10 Minuten ein Niveau 20, 20' erreicht ist, bei dem der Druck p_1 herrscht, der gleich dem am Drucksensor 15 angezeigten Prüfdruck ist.

Der Prüfdruck kann über den Präzisionsdruckregler 8 per Hand eingestellt oder wahlweise automatisch über das Filtertestgerät 8' vorgegeben werden.

Nach der allgemeinen Gasgleichung (a) beziehungsweise (b) ist das dazugehörige Volumen v_1 berechenbar.

Nach dem Start der Meßphase werden mittels elektrischem Drucksensor 15 die Druckmeßwerte p_x zum Zeitpunkt t_x ermittelt.

Nach der allgemeinen Gasgleichung (a) beziehungsweise (b) ist das dazugehörige Volumen v_x und damit auch der Wert des absoluten Volumens an intrudiertem Wasser berechenbar.

Nach Beendigung des Prüfungsvorgangs wird aus der Einrichtung über das Dreiwegeventil 12 das Wasser abgelassen. In dem Fachmann bekannter Weise können die Filterelemente vor dem weiteren Betrieb in-line getrocknet werden. Vor- oder nach der Prüfung mit dem Wasserintrusionstest ist eine in-line Sterilisation möglich.

Die Durchführung des Wasserintrusionstest bei Ver-

wendung des Referenzbehälters 18 erfolgt in analoger Weise.

Patentansprüche

1. Vorrichtung zum Prüfen von gehäuseartig umschlossenen Filterelementen aus hydrophoben porösen Filtern durch einen Wasserintrusionstest, bestehend aus der gehäuseartigen Umschließung (1) mit einem Einlaß (2) für Fluide, einem Auslaß (3) für Filtrat, einem Anschluß (4) für externe Geräte, mindestens einem der Filterelemente (5), das den Einlaß (2) durch die hydrophoben porösen Filter (6) vom Auslaß (3) trennt, einer Auswerteeinheit (17) und einer Druckgasquelle (7), die über einen Wasser enthaltenden Druckbehälter (10), ein Ventil (12) und den Einlaß (2) mit der gehäuseartigen Umschließung (1) derart verbunden ist, daß bei Anlegen eines Testdrucks das Wasser in die gehäuseartige Umschließung (1) gedrückt wird und sich in einem Raum mit einem bekannten Gesamtnettovolumen ein Testdruck aufbaut und bei geschlossenem Ventil 12 der Druckabfall meßbar ist, wobei das bekannte Gesamtnettovolumen aus dem Raum oberhalb des obersten Endbereichs der hydrophoben porösen Filter (6) und dem damit in Kommunikation stehenden inneren Volumen der externen Geräte am Anschluß (4) besteht, **dadurch gekennzeichnet**, daß am Anschluß (4) ein mit der Auswerteeinheit (17) meßtechnisch verbundener elektrischer Drucksensor (15) zum Messen des Testdrucks und des Druckabfalls angeschlossen ist und sich zwischen der Druckgasquelle (7) und dem Druckbehälter (10) ein Druckregelsystem (8, 8') befindet.
2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß sich vor dem elektrischen Drucksensor (15) ein Referenzbehälter (18) mit bekanntem Gesamtnettovolumen befindet.

Hierzu 1 Seite(n) Zeichnungen

- Leerseite -

